

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-50594

(P2002-50594A)

(43)公開日 平成14年2月15日 (2002.2.15)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マコード ⁸ (参考)
H 01 L 21/304	6 2 2	H 01 L 21/304	6 2 2 D 3 C 0 5 8
A 01 N 25/04	1 0 3	A 01 N 25/04	1 0 3 4 H 0 1 1
25/08		25/08	
31/08		31/08	
33/12		33/12	

審査請求 未請求 請求項の数 6 OL (全 8 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号	特願2000-236453(P2000-236453)	(71)出願人 000238164 扶桑化学工業株式会社 大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目3番10号
(22)出願日	平成12年8月4日 (2000.8.4)	(72)発明者 松村 茂豊 大阪市淀川区新高2丁目6番6号 扶桑化 学工業株式会社神崎川事業所内
		(72)発明者 署田 幸夫 大阪市淀川区新高2丁目6番6号 扶桑化 学工業株式会社神崎川事業所内
		(74)代理人 100082072 弁理士 清原 義博
		最終頁に続く

(54)【発明の名称】 コロイド状シリカスラリー

(57)【要約】

【課題】 シリコンウェーハやシリコンウェーハ上の配線材料に対して腐食などの悪影響を与えることがなく、しかも、微生物の発生を抑制するとともに、コロイド粒子の粒径安定性に優れるために保存安定性が高く、長期間連続して使用することが可能なコロイド状シリカスラリーを提供することにある。

【解決手段】 低金属シリカゾルから調製されてなるコロイド状シリカと抗菌・殺生物剤を含有してなり、pHが6.0~8.0であることを特徴とするコロイド状シリカスラリーとする。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 低金属シリカゾルから調製されてなるコロイド状シリカと抗菌・殺生物剤を含有してなり、pHが6.0~8.0であることを特徴とするコロイド状シリカスラリー。

【請求項2】 金属含有量が1ppm以下であることを特徴とする請求項1に記載のコロイド状シリカスラリー。

【請求項3】 前記コロイド状シリカのpHが6.0~8.0であることを特徴とする請求項1又は2に記載のコロイド状シリカスラリー。

【請求項4】 前記低金属シリカゾルが、シリケートエステルからなることを特徴とする請求項1乃至3のいずれかに記載のコロイド状シリカスラリー。

【請求項5】 コロイド状シリカと抗菌・殺生物剤を含有してなるコロイド状シリカスラリーであって、pHが6.0~8.0であり、かつ金属含有量が1ppm以下であることを特徴とするコロイド状シリカスラリー。

【請求項6】 前記抗菌・殺生物剤が、有機臭素系化合物、有機窒素硫黄系化合物、有機ヨウ素系化合物、有機硫黄系化合物、トリアジン系化合物のうちから選択された1種以上からなることを特徴とする請求項1乃至5のいずれかに記載のコロイド状シリカスラリー。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、コロイド状シリカスラリーに関し、更に詳しくは、トランジスタ、ダイオードなどの微小回路、IC等の基板となるシリコンウェーハ及び配線等が施された半導体デバイスの表面を平坦化する研磨平坦処理の際に研磨剤として好適に用いられるコロイド状シリカスラリーに関し、その目的は、シリコンウェーハやシリコンウェーハ上の配線材料に対して腐食などの悪影響を与えることがなく、しかも、微生物の発生を抑制するとともに、コロイド粒子の粒径安定性に優れるために保存安定性が高く、長期間連続して使用することが可能なコロイド状シリカスラリーを提供することにある。

【0002】

【従来の技術】 粗く切断されたシリコンウェーハを、トランジスタ、ダイオードなどの微小回路、IC等を作り込むための基板として用いる場合、通常、シリコンウェーハの表面を微細に研磨することが必要である。また、研磨処理されたシリコンウェーハの表面に配線処理を施して積層化する際にも、配線された半導体デバイスの表面を微細に研磨して平坦化する必要がある。このシリコンウェーハ及び配線が施された半導体デバイスの表面の微細な研磨の研磨剤には、従来からコロイド状シリカが用いられている。このコロイド状シリカを、循環させて長時間使用した場合、コロイド状シリカ中に菌類等の微生物が成長し、着色、浮遊物の形成、発臭を起こして研

磨剤として使用できなくなる。これを防ぐため、亜塩素酸ナトリウム、ヘキサクロロフェン、グルタルアルデヒドのようなジアルデヒド、エチレンジアミン、p-ヒドロキシ安息香酸メチル、ナトリウムベンタクロロフェネート、ホルムアルデヒド、3,5-ジメチルテトラヒドロ1,3,5,2-H-チアジアシン-2-チオン類等の抗菌剤をコロイド状シリカに添加することが提案されている。しかしながら、これらの抗菌剤を添加したコロイド状シリカスラリーは、シリコンウェーハへの不純物の拡散やシリコンウェーハ上の配線材料の腐食の一因となることがあり、半導体部品の電気的特性に悪影響を及ぼすという問題点がある。また、ナトリウム等の金属が多く含まれ、予測できない電気的特性の変化をもたらすという問題点もある。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、上記従来の実情に鑑みてなされたものであって、コロイド状シリカに所定の抗菌剤を添加し、pHを中性域に維持するとともに、低金属を実現することによって、微生物の発生を無くし、しかもコロイド粒子の粒径安定性に優れるために、長期間にわたって効果を持続することができ、シリコンウェーハの研磨剤として、半導体部品の電気的特性に悪影響を与えることのないコロイド状シリカスラリーの提供を目的としている。

【0004】

【課題を解決するための手段】 請求項1に係る発明は、低金属シリカゾルから調製されてなるコロイド状シリカと抗菌・殺生物剤を含有してなり、pHが6.0~8.0であることを特徴とするコロイド状シリカスラリーに関する。請求項2に係る発明は、金属含有量が1ppm以下であることを特徴とする請求項1に記載のコロイド状シリカスラリーに関する。請求項3に係る発明は、前記コロイド状シリカのpHが6.0~8.0であることを特徴とする請求項1又は2に記載のコロイド状シリカスラリーに関する。請求項4に係る発明は、前記低金属シリカゾルが、シリケートエステルからなることを特徴とする請求項1乃至3のいずれかに記載のコロイド状シリカスラリーに関する。請求項5に係る発明は、コロイド状シリカと抗菌・殺生物剤を含有してなるコロイド状シリカスラリーであって、pHが6.0~8.0であり、かつ金属含有量が1ppm以下であることを特徴とするコロイド状シリカスラリーに関する。請求項6に係る発明は、前記抗菌・殺生物剤が、有機臭素系化合物、有機窒素硫黄系化合物、有機ヨウ素系化合物、有機硫黄系化合物、トリアジン系化合物のうちから選択された1種以上からなることを特徴とする請求項1乃至5のいずれかに記載のコロイド状シリカスラリーに関する。

【0005】

【発明の実施の形態】 以下、本発明に係るコロイド状シリカスラリーについて詳述する。本発明に係るコロイド

状シリカスラリーは、第一の必須成分であるコロイド状シリカと、第二の必須成分である抗菌・殺生物剤からなる。本発明に係るコロイド状シリカスラリーの第一の必須成分であるコロイド状シリカは被研磨材の表面を研磨するための研磨砥粒である。コロイド状シリカは、水中又は有機溶媒中にシリカが微分散したゾルであり、その調製方法は特に限定されず、温式法、シリカゲル解膠法、イオン交換法、加水分解法などを例示することができる。

【0006】本発明においては、コロイド状シリカのナトリウム等の金属含有量は少量であることが好ましく、具体的には、ナトリウム等の金属含有量が、1 ppm以下であるとよい。これは、ナトリウム等の金属の含有量が、1 ppmを超えると、コロイド状シリカスラリーのナトリウム等の金属の含有量が高くなり、半導体部品の電気的特性に悪影響を与えることがあるからである。ナトリウム等の金属含有量が少ないコロイド状シリカとするには、その調製工程においてナトリウム等の金属含有量を低下させてもよく、また調製後にイオン交換処理等により金属含有量を低下させてもよい。

【0007】また、コロイド状シリカのpHは6.0～8.0、好ましくは6.5～7.5の中性域となるように調製することが好ましい。これは、中性域から外れたコロイド状シリカ、即ち、pH6.0未満の酸性域及びpH8.0を超えるアルカリ性域のコロイド状シリカを用いて、コロイド状シリカスラリーを調製した場合、シリコンウェーハの腐食の一因となり、半導体部品の電気的特性に悪影響を及ぼすことがあるからである。

【0008】特に本発明においては、シリケートエステル等の高純度シリカ源のうちの少なくとも1つの化合物から製造された低金属シリカゾルからなるコロイド状シリカを用いることが好ましい。これは、これらの化合物から製造されたコロイド状シリカのナトリウム等の金属含有量は、1 ppm以下であるとともに、そのpHは約6.0～8.0の中性域だからである。

【0009】コロイド状シリカの粒径は特に限定されないが、平均粒子径として、5～300 nm、より好ましくは10～250 nmとなるように調整することが好ましい。これは、平均粒子径が5 nm未満の場合、十分な研磨速度を得ることができず、また300 nmより大きいと、被研磨面の表面の粗さが目立つようになり、滑らかな研磨面が得られず、いずれの場合も好ましくないからである。

【0010】本発明において、コロイド状シリカの配合量は、コロイド状シリカスラリー全量に対して、0.05～50重量%、好ましくは0.1～30重量%に調整することが好ましい。これは、含有量が0.05重量%未満の場合は、研磨砥粒であるコロイド状シリカの含有量が少なすぎるために、実用的な研磨速度が得られず、また50重量%を超えて配合した場合は、均一な分散性

が保てず、また高粘度となるために、いずれの場合も好ましくないからである。

【0011】本発明に係るコロイド状シリカスラリーの第二の必須成分である抗菌・殺生物剤は、コロイド状シリカスラリー中における細菌類やカビ類の繁殖を防止するため配合される。本発明において用いられる抗菌・殺生物剤は特に限定されないが、抗菌・殺生物剤を所要量配合したコロイド状シリカスラリーのナトリウム等の金属の含有量が、1 ppm以下に維持されるような抗菌・殺生物剤を用いることが好ましい。これは、コロイド状シリカスラリーのナトリウム等の金属の含有量が1 ppmを超えると、半導体部品の電気特性に悪影響を与えることがあるからである。

【0012】また、抗菌・殺生物剤を所要量配合したコロイド状シリカスラリーのpHが、中性域、即ちpH 6.0～8.0、好ましくはpH 6.5～7.5に維持されるような抗菌・殺生物剤を用いることが好ましい。尚、用いられる抗菌・殺生物剤としては、抗菌・殺生物剤を配合した後のコロイド状シリカスラリーが研磨剤として使用するために、コロイド状シリカに溶解とともに、コロイド状シリカに溶解後もコロイド状シリカがゲル化などを起こさない性質を有することは言うまでもない。

【0013】このような抗菌・殺生物剤としては、有効成分として有機臭素系化合物、有機窒素硫黄系化合物、有機ヨウ素系化合物、有機硫黄系化合物、トリアジン系化合物のうちの一種又は二種以上からなるものを例示することができる。

【0014】具体的には、抗菌・殺生物剤として、有機臭素系化合物を含む抗菌・殺生物剤であるスタニットS1（商品名：ナガセ化成工業社製）、有機硫黄系、有機ヨウ素系化合物を含む抗菌・殺生物剤であるデニサイドNS100（商品名：ナガセ化成工業社製）、有機窒素硫黄系及び有機臭素系化合物を含む抗菌・殺生物剤であるサンセット161（商品名：ナガセ化成工業社製）、有機窒素硫黄系、有機臭素系化合物を含む抗菌・殺生物剤であるバイオホープL（商品名：ケイ・アイ化成社製）、有機窒素硫黄系化合物を含む抗菌・殺生物剤であるC-3500（商品名：東京ファインケミカル社製）、有機窒素硫黄系化合物を含む抗菌・殺生物剤であるデルトップ100（商品名：武田薬品工業社製）、有機窒素硫黄系化合物を含む抗菌・殺生物剤であるミクロスタットS520（商品名：ナガセ化成工業社製）、有機ヨウ素系化合物を含む抗菌・殺生物剤であるデニサイドC3（商品名：ナガセ化成工業社製）、有機硫黄系化合物を含む抗菌・殺生物剤であるデニサイドBIT-20N（商品名：ナガセ化成工業社製）、トリアジン系化合物を含む抗菌・殺生物剤であるヘキサミン（商品名：和光純薬社製）などを例示することができる。これらのうち、特にスタニットS1、バイオホープLが好まし

い。

【0015】抗菌・殺生物剤の配合量は特に限定されないが、確実に細菌類やカビ類などの繁殖を抑制することができる濃度であればよく、具体的には、コロイド状シリカスラリー全量に対して10~500 ppm、より好ましくは50~200 ppmに調整することが好ましい。これは、抗菌・殺生物剤の配合量が10 ppm未満では、確実に細菌類やカビ類などの繁殖を抑制することができず、また500 ppmを超えて配合したとしても、それ以上の効果が望めず、いずれも場合も好ましくないからである。

【0016】以上説明した各成分を所望の濃度となるように水に混合又は溶解若しくは分散させることにより本発明に係るコロイド状シリカスラリーを調製することができる。尚、水としては、イオン交換水などの精製水、好ましくは純水を用いるとよい。

【0017】このようにして調製した本発明に係るコロイド状シリカスラリーは、そのナトリウム等の金属の含有量は、1 ppm以下であるとともに、そのpHは6.0~8.0、好ましくは6.5~7.5の中性域に維持されることになる。このために、本発明に係るコロイド状シリカスラリーは、微生物の発生を無くし、かつシリコンウェーハの研磨剤として、半導体部品の電気的特性に悪影響を与えることがない。

【0018】尚、本発明に係るコロイド状シリカスラリーにおいては、上述の二つの必須成分の他に、研磨促進

剤等を本発明の効果が損なわれない範囲内において適宜任意に配合することができる。

【0019】

【実施例】以下、実施例を示すことにより本発明を詳細に説明する、尚、本発明は以下の実施例により何ら限定されるものではない。

(試験例1：抗菌・殺生物剤添加によるコロイド状シリカの性状試験) 高純度コロイド状シリカ(商品名：PL-10、扶桑化学工業社製)に、その濃度が1000 ppmとなるように表1及び表2に示される各抗菌・殺生物剤を添加した際のコロイド状シリカの液性及び臭気の有無を判定した。尚、刺激性及び臭気は以下の評価基準に従った。

【刺激性判定基準】

- . . . 全くない

+ . . . ある

++ . . . 強い刺激性を有する

【臭気判定基準】

- . . . 全くない

+ . . . やや弱い臭気を有する

++ . . . 弱い臭気を有する

+++ . . . 強い臭気を有する

++++ . . . かなり強い臭気を有する

【0020】

【表1】

商品名	有効成分	形態	刺激性	臭気	添加後pH
C-3500	有機窒素硫黄系化合物	液体	-	-	7.2
デルトップ100	有機窒素硫黄系化合物	液体	-	-	7.2
ミクロスタッフS520	有機窒素硫黄系化合物	液体	++	++	6.6
スタニットS1	有機臭素系化合物	液体	+	+	6.8
デニサイドNS100	有機ヨウ素系及び有機硫黄系化合物	液体	-	++	6.8
サニセットL61	有機炭素系及び有機窒素硫黄系化合物	液体	+	+	6.8
デニサイドC3	有機ヨウ素系化合物	液体	+	+++	7.0
デニサイドBIT-20N	有機硫黄系化合物	液体	+	+	7.5
バイオホープL	有機窒素硫黄系化合物	液体	-	+	7.0
ヘキサミン	トリアジン系化合物	固体	-	-	6.9

【0021】

【表2】

商品名	有効成分	形態	刺激性	添加後pH	備考
PROTECTOL HT		液体	-	9.2	
C-6000	有機臭素系化合物	液体	-	9.3	
BESTCIDE-900		液体	-	8.8	
デニサイドS504	有機硫黄系化合物	液体	+	6.8	強臭性
レボンLAG-40	両性系界面活性剤	液体	-	6.4	ゲル化
モルデナイスN760	有機臭素硫黄系化合物	液体	+	7.0	ゲル化
カチオンDDC-50	第四級アンモニウム塩	液体	-	-	ゲル化
サニゾールB-50	第四級アンモニウム塩	液体	-	-	ゲル化
バルトシルIB	ピグアナイト系化合物	液体	-	5.2	
マスキン液	ピグアナイト系化合物	液体	-	-	ゲル化
イワ"ビ"ルメタルフェノール	フェノール系	固体	-	-	不溶
PCM-X	フェノール系	固体	-	-	不溶
ジクロロイソシアヌール液	ハロゲン系	固体	-	5.6	
ポリビニルピロリドンK90	ハロゲン系	固体	-	-	ゲル化
トリクロロカルバニリド	アニリド系	固体	-	-	不溶
デュロデックス5000	イソチアゾリン系	液体	+	-	不溶
ヒノキチオール	トロボロン系	固体	-	-	不溶
Tiabendazole	イミダゾール・チアゾール系	固体	-	-	不溶

【0022】尚、表1及び表2中の各抗菌・殺生物剤はいずれも商品名であり、C-3500は東京ファインケミカル社製、デルトップ100は武田薬品工業社製、ミクロスタッフS520はナガセ化成工業社製、スタニットS1はナガセ化成工業製、デニサイドNS100はナガセ化成工業製、サニセット161はナガセ化成工業製、デニサイドC3はナガセ化成工業社製、デニサイドBIT-20Nはナガセ化成工業社製、バイオホープLはケイ・アイ化成製、ヘキサミンは和光純薬社製、デニサイドS504はナガセ化成工業社製、PROTECTOL HTはBASF社製、C-6000は東京ファインケミカル社製、BESTCIDE-900は大日本インキ化学工業社製、レボンLAG-40は三洋化学工業社製、モルデナイスN760はナガセ化成工業社製、カチオンDDC-50は三洋化学工業社製、サニゾールB-50は花王社製、ベシドシルIBは花王社製、マスキン液（グルコン酸クロルヘキシジン）は、丸石製薬社製、イソプロピルメチルフェノールは和光純薬社製、PCM-Xはナガセ化成工業社製、ジクロロイソシアヌール酸は和光純薬社製、ポリビニルピロリドンK90は和光純薬社製、トリクロロカルバニリドはNIPAPA社製、デュロデックス5000はMorton社製、ヒノキチオールは小川香料社製、Tiabendazoleは和光純薬社製である。

【0023】表1及び表2の結果から、C-3500、デルトップ100、ミクロスタッフS520、スタニットS1、デニサイドNS100、サニセット161、デニサイドC3、デニサイドBIT-20N、バイオホープL、ヘキサミンは、添加した後も、コロイド状シリカのpHが中性域に維持され、しかも、ゲル状や固体状とならず液状のままである。また、これらの抗菌・殺生物剤の有効成分は、有機臭素系化合物、有機臭素硫黄系化合物、有機ヨウ素系化合物、有機硫黄系化合物、トリアジン系化合物であった。

【0024】（試験例2：コロイド状シリカ中の不純物の測定）試験例1において、良好な結果が得られた、C-3500、デルトップ100、ミクロスタッフS520、スタニットS1、デニサイドNS100、サニセット161、デニサイドC3、デニサイドBIT-20N、バイオホープLについて、試験例1と同様の高純度コロイド状シリカに、バイオホープLについては100 ppm、その他は200 ppm添加した場合の、コロイド状シリカ中のナトリウム等の金属の濃度を原子吸光分析法により測定した。尚、ブランクとしては、試験例1と同様の高純度コロイド状シリカを用いた。測定した結果を、表3に示す。尚、表中の単位はppmである。

【0025】

【表3】

商品名	元素名												
	Na	K	Fe	Al	Ca	Mg	Ni	Cr	Zn	Cu	Pb	Ti	Ag
C-3500	3.29	0.03	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.06	0.02	N.D.	N.D.	N.D.
デルトップ100	0.45	0.03	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.06	0.02	N.D.	N.D.	N.D.
ミクロスタットS520	0.09	0.03	N.D.	N.D.	0.01	0.78	N.D.	N.D.	0.06	0.02	N.D.	N.D.	N.D.
スタニットS1	0.09	0.03	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.06	0.02	N.D.	N.D.	N.D.
デニサイドNS100	0.09	0.03	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.06	0.02	N.D.	N.D.	N.D.
サニセット161	0.19	0.03	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.06	0.02	N.D.	N.D.	N.D.
デニサイドC3	0.29	0.04	N.D.	N.D.	0.01	N.D.	N.D.	N.D.	0.06	0.02	N.D.	N.D.	N.D.
デニサイドB1T-20N	0.35	0.04	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.06	0.02	N.D.	N.D.	N.D.
バイオホープL	0.09	0.02	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.05	0.02	N.D.	N.D.	N.D.
ブランク	0.09	0.03	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.08	0.02	N.D.	N.D.	N.D.
検出限界	0.01	0.01	0.005	0.01	0.01	0.01	0.005	0.005	0.005	0.005	0.01	0.5	0.005
分析方法	フレーム原子吸光法											フレーム原子吸光法	

【0026】表3の結果のから、いずれの抗菌・殺生物剤においても、コロイド状シリカに添加した後のナトリウム等の金属の濃度が極めて低いことが分かる。

【0027】(試験例3: 抗菌・殺生物剤の抗菌性試験1) 試験例2において、ナトリウム等の金属の含有量が特に少なかったスタニットS1、デニサイドNS100、サニセット161、バイオホープLを用いて、抗菌性試験を行った。試験方法は、まず、試験例1と同様の高純度コロイド状シリカに1000 ppm、100 ppm、10 ppmになるように添加した試験区を試験管に

10 mlずつ調整した。次に、それぞれの試験管に対して、ブレインハートインヒュージョン培地で培養した、コロイド状シリカの汚染原因菌の培養液(菌数: 2.6 × 10⁶ 個/g)を滅菌水で10000倍希釈したものを1 ml添加した。37℃で7日間放置後、標準寒天平板希釈法にて、コロイド状シリカ中の菌数を測定した。測定結果を表4に示す。

【0028】

【表4】

商品名	添加量(ppm)		
	10	100	1000
スタニットS1	4.1×10 ⁶	8.7×10 ⁶	0
デニサイドNS100	10 ⁷ <	6.7×10 ³	0
サニセット161	9.7×10 ⁵	4.0×10 ²	0
バイオホープL	2.8×10 ⁶	0	0

【0029】(試験例4: 抗菌・殺生物剤の抗菌性試験2) 試験例2においてナトリウム等の金属の含有量が少なかったスタニットS1、デニサイドNS100、サニセット161、バイオホープLを用いて、抗菌性試験を行った。試験方法は、まず、試験例1と同様の高純度コロイド状シリカに100 ppm、50 ppm、20 ppm、10 ppmになるように添加した試験区を試験管に10 mlずつ調整した。次に、それぞれの試験管に対して、ブレインハートインヒュージョン培地で培養した、コロイド状シリカの汚染原因菌の培養液(菌数: 5.5

× 10⁷ 個/g)を滅菌水で10000倍希釈したものを1 ml添加した。また、胞子形成培地で培養した、コロイド状シリカの汚染原因菌の培養液(菌数: 1.0 × 10³ 個/g)を滅菌水で10000倍希釈したものを1 ml添加した。37℃で7日間放置後、標準寒天平板希釈法にて、コロイド状シリカ中の菌数を測定した。測定結果を表5、表6に示す。

【0030】

【表5】

商品名	添加量(ppm)				
	10	20	50	100	200
スタニットS1	10 ⁷ <	5.2×10 ⁴	6.3×10 ⁴	5.9×10 ⁴	0
デニサイドNS100	10 ⁷ <	3.0×10 ⁶	6.3×10 ⁴	10 ⁷ <	0
サニセット161	10 ⁷ <	10 ⁷ <	10 ⁷ <	5.7×10 ⁴	0
バイオホープL	10 ⁷ <	8.7×10 ³	0	0	0

【0031】

【表6】

商品名	添加量(ppm)				
	10	20	50	100	200
スタニットS1	5.2×10 ⁴	10 ⁴	10 ⁴	0	0
デニサイドNS100	10 ⁴	3.4×10 ⁴	10 ⁴	2.2×10 ⁴	0
サニセット161	9.7×10 ⁴	8.6×10 ⁴	1.4×10 ⁴	2.6×10 ⁴	0
バイオホープL	1.1×10 ⁴	0	4	0	0

表4、5、6の結果の通り、本発明において用いられる抗菌・殺生物剤はコロイド状シリカ中において、コロイド状シリカの汚染原因菌に対する高い抗菌・殺生物作用を有することが分かる。

【0032】(試験例5: 抗菌・殺生物剤を添加したコロイド状シリカの平均粒子径測定) 試験例1と同様の高純度コロイド状シリカに、後記表7に記載した抗菌・殺

生物剤を1000 ppm添加したのちに、2週間経過後の平均粒子径をコールター社製造のコールターネ4計(商品名)を用いて計測した。尚、抗菌剤を添加しない高純度コロイド状シリカをブランクとして測定した。結果を表7に示す。

【0033】

【表7】

	平均粒子径 (nm)
デルトップ100	202
スタニットS1	212
デニサイドNS100	202
サニセット161	202
デニサイドC3	182
デニサイドBIT-20N	201
バイオホープL	209
ブランク	208

【0034】表7の結果の通り、1000 ppmという非常に高濃度の添加であっても、本発明において用いられる抗菌・殺生物剤は、コロイド粒子の粒子径に与える影響が低いことが分かる。

【0035】(試験例6: 抗菌・殺生物剤を添加したコロイド状シリカの保存試験) 後記表8に記載した抗菌・殺生物剤を表8中の濃度となるように試験例1と同様の

高純度コロイド状シリカに添加した後、密閉容器内において25°Cの条件下で保存した。添加24時間経過後と、6ヶ月経過後の平均粒子径とpH値を測定した。尚、抗菌剤を添加しない高純度コロイド状シリカをブランクとして測定した。結果を表8に示す。

【0036】

【表8】

	添加量	24時間経過後		6ヶ月経過後	
		pH	平均粒子径(nm)	pH	平均粒子径(nm)
スタニットS1	200	6.9	221	6.5	219
デニサイドNS100	200	6.9	222	6.6	218
サニセット161	200	6.9	222	6.5	220
バイオホープL	100	7.0	222	6.7	217
ブランク	-	7.1	221	6.8	219

【0037】表8の結果の通り、本発明において用いられる抗菌・殺生物剤は、長期保存した場合であっても、最も影響を受けやすい平均粒子径とpH値に対しても、殆ど影響を与えることなく、保存安定性に優れることが分かる。

【0038】(試験例7: 抗菌・殺生物剤を添加したコロイド状シリカの物性試験) 後記表9に記載した抗菌・殺生物剤を表9に記載した濃度となるように試験例1と

同様の高純度コロイド状シリカに添加した後に、臭気の有無、及び発泡性について調べた。また、バイオホープL、スタニットS1については、さらに詳細な物性を測定した。尚、抗菌剤を添加しない高純度コロイド状シリカをブランクとして測定した。結果を表9及び表10に記載する。

【0039】

【表9】

	添加量	臭気	発泡性
スタニットS1	200	極微臭	無し
デニサイドNS100	200	刺激臭	無し
サニセット161	200	極微臭	攪拌時に有り
バイオホープL	100	無臭	無し
ブランク	—	無臭	無し

【0040】

【表10】

	単位	スタニットS1	バイオホープL	ブランク
外観	—	乳白色	乳白色	乳白色
臭気	—	微溶媒臭	無臭	無臭
シリカ濃度	wt%	23.5	23.5	23.5
pH	—	7.4	7.3	7.4
比重	(20/4°C)	1.149	1.148	1.148
平均粒子径	nm	217	216	216
動粘度	mm²/s	1.9	1.9	1.9
電気伝導度	μs/cm	61.8	59.4	58.4

【0041】表9の結果の通り、本発明において用いられる抗菌・殺生物剤は、臭気も殆ど無く、しかも無発泡或いは低発泡性であることが分かる。また、表10の結果の通り、本発明に係るコロイド状シリカの金属不純物の含有量は極めて低く、またその他の特性もシリコンウェーハの研磨剤として好適に用いることができるものである。

【0042】

【発明の効果】本発明に係るコロイド状シリカスラリーは、低金属シリカゾルから調製されてなるコロイド状シリカと抗菌・殺生物剤を含有してなり、pHが6.0～8.0であるから、菌類等の微生物の発生を抑制とともに、保存安定性に優れ、しかも中性域の維持、および低金属を達成でき、電気的特性に悪影響を与えることなく、シリコンウェーハの循環系研磨剤として、好適なコロイド状シリカスラリーを得ることができる。

フロントページの続き

(51) Int.Cl.7	識別記号	F I	テ-マ-ト (参考)
A 0 1 N 35/06		A 0 1 N 35/06	
43/36		43/36	C
43/64	1 0 4	43/64	1 0 4
43/78		43/78	Z
43/80	1 0 2	43/80	1 0 2
47/44		47/44	
B 2 4 B 37/00		B 2 4 B 37/00	H
C 0 9 K 3/14	5 5 0	C 0 9 K 3/14	5 5 0 D
			5 5 0 Z

(72)発明者 馬奈木 龍夫
大阪市淀川区新高2丁目6番6号 扶桑化
学工業株式会社神崎川事業所内
(72)発明者 外山 景司
京都府福知山市長田野町1丁目5番地 扶
桑化学工業株式会社福知山事業所内

(72)発明者 酒井 正年
京都府福知山市長田野町1丁目5番地 扶
桑化学工業株式会社福知山事業所内
F ターム(参考) 3C058 CB06 CB10 DA02 DA12 DA17
4H011 AA02 BA01 BB03 BB04 BB09
BB10 BC11 BC18 DA17 DD07

Original document

COLLOID-LIKE SILICA SLURRY

Patent number: JP2002050594
Publication date: 2002-02-15
Inventor: MATSUMURA SHIGETOYO; OKADA YUKIO; MANAKI TATSUO; TOYAMA KEIJI; SAKAI MASATOSHI
Applicant: FUSO CHEMICAL CO LTD
Classification:
- international: A01N25/04; A01N25/08; A01N31/08; A01N33/12; A01N35/06; A01N43/36; A01N43/64; A01N43/78; A01N43/80; A01N47/44; B24B37/00; C09K3/14; H01L21/304; A01N25/04; A01N25/08; A01N31/00; A01N33/00; A01N35/00; A01N43/34; A01N43/64; A01N43/72; A01N47/40; B24B37/00; C09K3/14; H01L21/02; (IPC1-7): H01L21/304; A01N25/04; A01N25/08; A01N31/08; A01N33/12; A01N35/06; A01N43/36; A01N43/64; A01N43/78; A01N43/80; A01N47/44; B24B37/00; C09K3/14
- european:
Application number: JP20000236453 20000804
Priority number(s): JP20000236453 20000804

[View INPADOC patent family](#)

[Report a data error here](#)

Abstract of JP2002050594

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a colloid-like silica slurry which will not adversely influence, such as corrosion to a silicon wafer and a wiring material on the silicon wafer, suppresses the occurrence of microbes, whose preservation stability is high, since the particle size stability of colloid particles is superior and which can be used continuously. **SOLUTION:** Colloid-like silica slurry which includes colloid-like silica prepared from low metal silica sol and antibacterial/biocide and whose pH is 6.0-8.0 is supplied.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide